

MASS 装置の高分解能測定技術、及び管理方法の修得

第二技術室 森田俊夫

1. 緒言

有機合成分野では、新規化合物の同定に赤外線吸収 (IR) スペクトル、核磁気共鳴 (NMR) スペクトル、質量分析 (MASS) スペクトル¹⁾、及び有機元素分析の測定データが必要である。さらには、有機分子の立体構造を議論する際には X 線構造解析のデータも必要とされる。

IR、NMR、及び MASS 測定は相当する有機分子の特徴あるスペクトルを探しだせれば、いくらか純度が悪くても帰属は可能となる。一方、元素分析での測定は試料の純度、及び乾燥に大きく影響するので、測定の際には精製手順、及び保存方法に十分な注意が必要となる。

MASS 測定は短時間で有機化合物の分子量が確認できるので、帰属に有効な方法の一つである。通常は精度が正数値までである低分解能測定で測定することが多いが、分解能を上げることで測定値の精度が高くなり、小数点 3 ケタまで確認することができる。この方法で測定したデータを基に処理を行うと可能性のある組成式を表示することができるので元素分析の代用として使用される。

そこで今回は当大学に設置されている MASS 装置を利用して、精密質量測定を行ったので、その測定までの準備作業、及び測定、データ処理について報告する。さらに、当装置の保守・管理を効率的に行う目的で、起動、及び停止、イオン源の取り換え等について簡易手順書を作成した。

2. MASS 装置での精密質量測定

2-1. 使用機器、及び測定までの準備

当大学産学官連携本部計測・技術支援部に設置されている 700T タンデム MStation (JEOL) を使用した。測定では種々の方法があるが、ここでは直接試料導入 FAB 法による精密測定を行った。²⁾ その測定を行う前に、装置条件の確認、測定パラメータファイルの作成 (精密測定をする時に使用する)、及びマスキャリブレーション (磁場、及び電場) を行い測定に必要なファイルを作成する。(図 1) これらのファイルはメーカーが用意したファイルを読み込み一部変更して使用した。

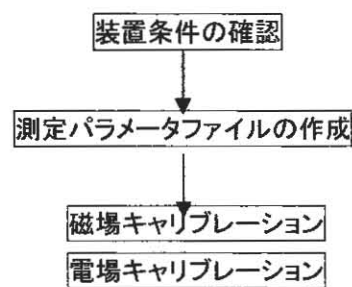


図 1

2-2. 有機化合物の精密質量測定、及びデータ処理

FAB 法、及び精密質量測定で用意する試薬としてポリエチレングリコール (PEG400、基準試料)、及びメタニトロベンジルアルコール (マトリックス) を用いた。これらを約 1 : 1 に混ぜ粘性のある混合液体とした。測定したい試料 (約 1 mg) は適当な溶媒 (約 0.5 ml、今回はメタノールを使用した) に溶かし試料溶液とした。装置の種々の設定ではスリットの設定、及び感度のチューニングの操作を行う。2-1 で作成した測定パラメータファイルを読み込み、そして先ほど調整した試料混合液体、及び試料液体を FAB 用試料導入棒のターゲット上 (写真 1) にそれぞれ 1 滴落とし軽く混合した後、

測定開始となる。リアルタイムにスペクトルが表示されるので、目的のピークが確認できれば1分以内で終了する。

次にデータ処理を行う。測定データを読み込み、精密質量校正作業を開始し、そのマスペクトルを表示させる。PEG400 のスペクトルも同時に現れているので、目的化合物のピーク、及びその近傍の PEG400 のピークを確認後、PEG400 のピークを選択し、実行すると目的ピークの分子量の校正が行われる。

最後に組成演算を行う。表示されているマスペクトルから目的のピークを選択と、可能性のある元素、及びその最大数を入力し、計算を実行させると、目的のピークの精密質量の測定結果、可能性のある組成式、及び誤差値（測定値と計算値との差）が表示される。論文の掲載には ± 5 ミリマス以内とされているので、誤差範囲をその値で設定しておけば、容易に結果が判別できる。

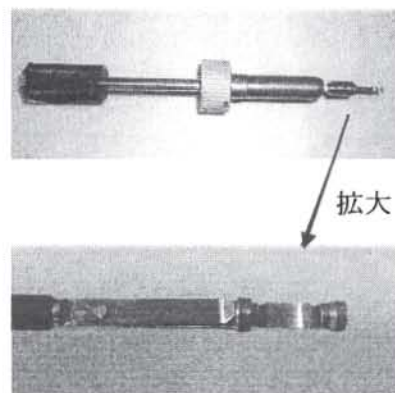


写真1

(上) 上試料導入棒

(下) ターゲット

3. 保守・管理用手順書の作成

この装置にはメーカーからのマニュアル³⁾が用意されているが、通常の保守・管理では数ページ程度の手順を理解できれば十分であるので、最低限必要な箇所を抽出し、「簡易マニュアル」を作成した。一方、操作中に測定不能（シグナルが出現しない）等の対処法として、メーカーが別途用意した「MS700トラブルシューティング」⁴⁾を pdf ファイルとし、PC内に保存した。

4. 謝辞

この報告は当大学工学部技術部の日常研修として行ったものである。予算措置をしていただきました技術部長をはじめ関係各位に感謝申し上げます。

参考文献等

- 1) 明石知子ら、「マスペクトロメトリーってなあに」、日本質量分析学会、2001. 志田保男ら、「これならわかるマスペクトロメトリー」、化学同人、2002.
- 2) 「精密質量測定」、日本分光.
- 3) 「700T タンデム MStation」、日本分光.
- 4) 「MS700 トラブルシューティング」、日本分光.